Aula
13

PRÁTICA 03 - DETERMINAÇÃO DE CLORETO PELO MÉTODO DE MOHR E FAJANS

METAS

Familiarizar com as técnicas de preparo e padronização de uma solução de AgNO3;
determinar a concentração de cloreto em soro fisiológico.

OBJETIVOS

Ao final desta aula, o aluno deverá:
realizar a preparação e padronização de uma solução de nitrato de prata utilizando os materiais adequados para este procedimento;
determinar o teor cloreto em amostra de soro fisiológico pelos Métodos de Mohr e Fajans.

PRÉ-REQUISITOS

Saber os fundamentos da Titulometria de Precipitação.

Estudante realizando a titulação de padronização do Nitrato de Prata, uma das etapas do processo de determinação de cloretos num sal de cozinha pelo Método de Mohr (Fonte: http://tal57.blogspot.com).

INTRODUÇÃO

Na última aula foram realizadas duas práticas relacionadas à análise volumétrica de neutralização: a determinação da acidez volátil em amostra de vinagre (ácido monoprótico) e o teor de ácido fosfórico (ácido poliprótico) presente em reagente comercial pela titulação com NaOH utilizando indicadores diferentes para detecção do ponto final.

Ao longo desta aula, analisaremos a presença de cloreto em amostras de soro fisiológico utilizando dois métodos argentimétricos diferentes, o direto (Método de Mohr) e o indireto (Método de Fajans). Para tanto é necessário preparar e padronizar a solução de nitrato de prata, $AgNO_3$, usando cloreto de sódio como padrão primário em presença de cromato de potássio como indicador até o aparecimento do precipitado avermelhado e uma mudança de cor na solução. É importante ressaltar que o indicador cromato de potássio deve ter concentração mais fraca para que não dificulte a percepção do ponto final.

(Fonte: http://upload.wikimedia.org)

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

A titulação de precipitação é um método volumétrico baseado em reações de formação de compostos pouco ionizáveis, pouco solúveis e complexos; onde a reação de precipitação deve processar-se instantaneamente e proporcionar condições para uma conveniente sinalização do ponto final. O ponto final é frequentemente determinado com o auxílio de indicadores específicos para as reações envolvidas. Um aspecto importante nas titulações que envolvem o cromato como indicador é a concentração do mesmo, pois as soluções mais concentradas são bastante intensamente amarelas e dificultam a percepção do ponto final.

Dentre os métodos volumétricos de precipitação, os mais importantes são os que empregam solução padrão de nitrato de prata; são os chamados métodos argentimétricos, que se baseiam na formação de sais pouco solúveis (haletos, cianetos, tiocianato) de prata. O nitrato de prata é disponível comercialmente com elevado grau de pureza, sendo considerado como um padrão primário, mas seu custo é bastante elevado. Por isso, soluções de $AgNO_3$ preparadas usando o sal de pureza menor, devem ser padronizadas. Além disso, baseados nos diferentes tipos de indicadores disponíveis, a argentimetria compreende três distintos métodos para determinação volumétrica de cloreto com íons prata, conforme a titulação seja direta ou indireta. Nesta aula estudaremos apenas dois deles: o método de Mohr, baseado na formação de um sólido colorido (princípio da precipitação fracionada) e método de Fajans, baseado na mudança de cor associada com a adsorção de um indicador sobre a superfície de um sólido.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Nesta aula, vamos analisar a presença de cloreto em amostras de soro fisiológico. Para tanto é necessário preparar e padronizar a solução de nitrato de prata, $AgNO_3$ 0,05 mol L^{-1} (MM = 170g/mol) antes das determinações nas amostras de acordo com o procedimento:

a) Pesar, aproximadamente, 4,25 g de $AgNO_3$ p.a. e dissolver em 200 mL de água destilada livre de cloreto. Transferir para uma proveta de 500 mL. Completar o volume com água destilada e homogeneizar a solução com um bastão de vidro;

b) Guardar a solução em frasco escuro limpo e lavado com pequenas porções da solução preparada. Rotular.

Para padronizar a solução de $AgNO_3$, usaremos o padrão primário cloreto de sódio, NaCl (MM = 58,5g/mol):
a) Pesar, exatamente, de 0,7400 a 0,7500 g de NaCl, seco na estufa a 250-300°C durante 30 minutos e, transferir para um balão volumétrico de 250 mL;
b) Dissolver em água destilada e completar o volume do balão;
c) Pipetar 25,00 mL da solução do balão para um erlenmeyer de 250 mL, juntar 0,5 g de $CaCO_3$ e 1 mL de K_2CrO_4 a 5 %;
d) Lavar a bureta 3 vezes com porções de 5 mL da solução de $AgNO_3$ preparada. Encher a bureta até 1 a 2 cm acima do zero e ajustar o volume a 0 mL;
e) Titular com a solução de $AgNO_3$ preparada até que se inicie a precipitação do Ag_2CrO_4, vermelho tijolo.

As determinações devem ser efetuadas em triplicata. A titulação deve ser conduzida lentamente, gota a gota, controlando o fluxo do titulante contido na bureta com a mão esquerda.

Para maior precisão da análise, é conveniente efetuar um ensaio em branco que consiste em tomar 50 mL de água destilada, 0,5 g de $CaCO_3$, 1 mL de K_2CrO_4 a 5 % e algumas gotas de $AgNO_3$ titular até que se inicie a precipitação do Ag_2CrO_4, vermelho tijolo. Anotar o volume do $AgNO_3$.

Cálculos Envolvidos:
a) A partir da massa de NaCl e do volume do balão calcular a molaridade da solução de NaCl;
b) A partir dos volumes gastos na titulação de NaCl, calcular a molaridade da solução de $AgNO_3$;
c) A partir da molaridade média da solução de $AgNO_3$ expressar os resultados em termos de intervalo de confiança;
d)Ajustar a concentração da solução, se necessário.

DETERMINAÇÃO DE CLORETO EM SORO FISIOLÓGICO PELO MÉTODO DE MOHR

a) Pipetar cuidadosamente uma alíquota de 25,00 mL da amostra para um balão volumétrico de 250 mL e diluir até a marca;
b) Dessa solução, pipetar alíquota de 25,00 mL para erlenmeyer, adicionar três gotas do indicador K_2CrO_4 5%;
c) Titular a amostra com solução padronizada de $AgNO_3$ até o aparecimento de precipitado amarelo.

As determinações devem ser efetuadas em triplicata. A titulação deve ser conduzida lentamente, gota a gota, controlando o fluxo do titulante contido na bureta com a mão esquerda. Os resultados devem ser expressar em termos de intervalo de confiança a 95%.

DETERMINAÇÃO DE CLORETO EM SORO FISIOLÓGICO PELO MÉTODO DE FAJANS

a) Pipetar cuidadosamente uma alíquota de 25,00 mL da amostra para um balão volumétrico de 250 mL e diluir até a marca;
b) Dessa solução, pipetar alíquota de 25,00 mL para erlenmeyer, adicionar três gotas do indicador fluoresceína e 10 mL de uma suspensão 10% de dextrina.

Titular a amostra com solução padronizada de $AgNO_3$ até o aparecimento de uma nova coloração sobre o precipitado.

As determinações devem ser efetuadas em triplicata. A titulação deve ser conduzida lentamente, gota a gota, controlando o fluxo do titulante contido na bureta com a mão esquerda. Os resultados devem ser expressar em termos de intervalo de confiança a 95%.

CONCLUSÃO

Nesta aula foram apresentadas aplicações práticas da volumetria de precipitação. A determinação de cloreto em soro fisiológico foi realizada pelos métodos argentimétricos de Mohr e Fajans com dicromato de potássio e fluoresceína como indicadores do ponto final, respectivamente. No método de Mohr é necessário manter a concentração do indicador baixa para que não dificulte a visualização do ponto final.

RESUMO

A titulação de precipitação é baseada em reações de formação de compostos pouco ionizáveis, pouco solúveis e complexos. O ponto final é frequentemente determinado com o auxílio de indicadores específicos. Os métodos argentimétricos, que empregam solução padrão de nitrato de prata, são os mais importantes métodos volumétricos de precipitação. A argentimetria compreende três distintos métodos para determinação volumétrica de cloreto com íons prata: Mohr, Fajans e Volhard. Dois deles, o método de Mohr e método de Fajans são baseados na formação de um sólido colorido e na mudança de cor associada com a adsorção de um indicador sobre a superfície de um sólido, respectivamente. Todas as determinações são efetuadas em triplicata para o cálculo das variáveis estatísticas.

PRÓXIMA AULA

AULA 14: PRÁTICA 04 - Determinação da dureza total e teor de cálcio e magnésio em água.

AUTO-AVALIAÇÃO

1. Um laboratório de análise ambiental recebeu uma amostra de água para determinação do teor de cloreto. O analista tomou 2 L dessa água e evaporou até obter um volume de aproximadamente 10mL. Em seguida a análise foi conduzida pelo método de Mohr, gastando-se um volume 14,80mL de uma solução de nitrato de prata 0,1012mol/L. Calcular o teor de cloreto na amostra original e dar o resultado em mg de cloreto por litro de solução.
2.Uma solução de cloreto de sódio foi preparada a partir da dissolução de 58,5g do sal, seco em estufa por 2h a 105ºC, em água destilada e o volume final foi aferido em 1000mL. Em seguida tomou-se uma alíquota de 10 mL dessa solução e levou a um volume final de 100mL. Para titular uma alíquota de 25 mL da última solução preparada foram gastos 24,1245 mL de uma solução padrão de nitrato de prata. Esquematize a titulação envolvida nesse problema e determine a concentração da solução nitrato de prata.
3. A solubilidade é dependente de alguns fatores. Cite e explique pelo menos quatro fatores que afetam solubilidade de um precipitado.
4. A argentimetria compreende três distintos métodos para determinação volumétrica de cloreto com íons prata: Mohr, Fajans e Volhard. Diferencie e exemplifique cada um desses métodos.

REFERÊNCIAS

BACCAN, N.; DE ANDRADE, J. C.; GODINHO, O. E. S.; BARONE, J. S. **Química Analítica Quantitativa Elementar**. 3 ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2001.
CHRISTIAN, G. D. **Analytical chemistry**. 5 ed. EUA: Ed. John Wiley & Sons, Inc., 1994.
HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. 7 ed. Tradução de Bordinhão, J. [et al.]. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8 ed. americana. São Paulo: Ed. Thomson, 2007.